

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **11316942 A**

(43) Date of publication of application: **16 . 11 . 99**

(51) Int. Cl

G11B 5/72

G11B 5/66

G11B 5/84

H01F 10/16

(21) Application number: **10137545**

(71) Applicant: **EDOKORO SOTARO**

(22) Date of filing: **02 . 05 . 98**

(72) Inventor: **MIYAKE SHOJIRO**

(54) MAGNETIC RECORDING MEDIUM AND ITS PRODUCTION

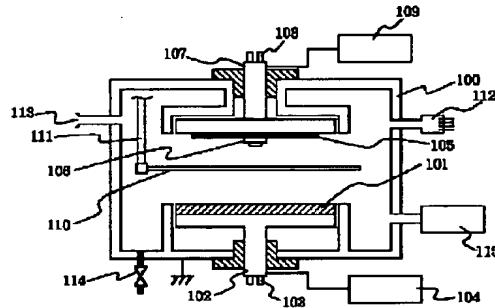
(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide high hardness and wear resistance characteristics in combination in spite of ultrathin films by including a magnetic film having an inclined layer subjected to a nitrogen plasma treatment on its surface and a protective film consisting of nitrogen-contg. carbon on the surface.

SOLUTION: The nitrogen-contg. carbon film (C-N film) is formed as a protective film by a reactive sputtering method on a sample formed by subjecting the surface of the magnetic film consisting of a CoCrTa alloy formed on a substrate to the nitrogen plasma treatment by using an RF sputtering apparatus. The nitrogen plasma treatment designed to reform the surface of the magnetic film is executed by introducing nitrogen of an atmosphere gas from two systems of gas introducing pipes 113 into a decompressed vacuum vessel 100 and regulating the pressure thereof, then impressing RF electric power only on the substrate 105 side from a high-frequency power source 109. In the RF sputtering treatment of the (C-N) film, the atmosphere gas contg. the nitrogen is introduced from the gas introducing pipes 113 into the vacuum vessel 100 and after the pressure is regulated, a

target 101 for film formation is subjected to RF sputtering, by which the (C-N) film is formed on the surface of the magnetic film.

COPYRIGHT: (C)1999,JPO



(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-316942

(43)公開日 平成11年(1999)11月16日

(51)Int.Cl.⁸

G 11 B 5/72
5/66
5/84
H 01 F 10/16

識別記号

F I

G 11 B 5/72
5/66
5/84
H 01 F 10/16

B

審査請求 未請求 請求項の数 6 FD (全 11 頁)

(21)出願番号

特願平10-137545

(22)出願日

平成10年(1998)5月2日

特許法第30条第1項適用申請有り 1997年11月5日~11月7日 社団法人日本トライボロジー学会開催の「トライボロジー会議」において文書をもって発表

(71)出願人 597081765

繪所 壮太郎

神奈川県川崎市麻生区金程4丁目11-16

(72)発明者 三宅 正二郎

埼玉県南埼玉郡宮代町学園台4-1 日本
工業大学内

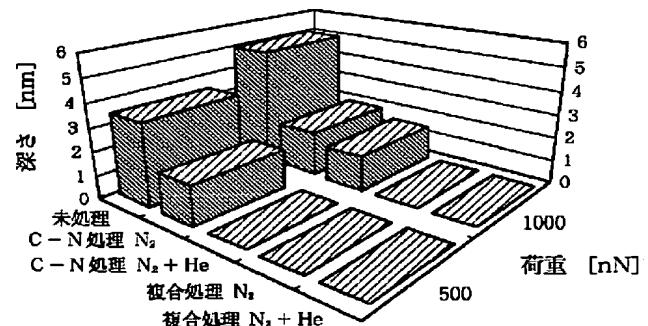
(74)代理人 弁理士 福森 久夫

(54)【発明の名称】 磁気記録媒体及びその製造方法

(57)【要約】

【課題】 保護膜の厚さが数nm程度の超薄膜でありながら、高い硬度と耐摩耗特性を兼ね備えた磁気記録媒体及びその製造方法を提供する。

【解決手段】 本発明の磁気記録媒体は、窒素プラズマ処理された傾斜層を表面に有する磁性膜と、該磁性膜の表面上に設けた窒化含有カーボンからなる保護膜とを具備することを特徴とする。本発明の磁気記録媒体の製造方法は、磁性膜の表面を少なくとも窒素を含むガスを用いてプラズマ処理した後、該磁性膜の表面上に窒化含有カーボンからなる保護膜をスパッタ成膜することを特徴とする。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 窒素プラズマ処理された傾斜層を表面に有する磁性膜と、該磁性膜の表面上に設けた窒化含有カーボンからなる保護膜とを具備することを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項2】 前記保護膜の厚さが、数nmオーダーであることを特徴とする請求項1に記載の磁気記録媒体。

【請求項3】 前記磁性膜が、CoCrTa合金であることを特徴とする請求項1又は2に記載の磁気記録媒体。

【請求項4】 磁性膜の表面を少なくとも窒素を含むガスを用いてプラズマ処理した後、該磁性膜の表面上に窒化含有カーボンからなる保護膜をスパッタ成膜することを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

【請求項5】 前記保護膜を形成する際、スパッタリングガスとして窒素ガス又は窒素とヘリウムを混合したガスを用いることを特徴とする請求項4に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項6】 前記保護膜を形成する際、前記磁性膜に高周波電力を印加することを特徴とする請求項4又は5に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、磁気記録媒体及びその製造方法に係る。より詳細には、厚さが数nmオーダーの極薄保護膜でも、優れた耐摩耗特性を有する磁気記録媒体及びその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 磁気記録においてさらに高記録密度化を図るために、磁気ヘッドと磁気記録媒体との間の実効隙間をできるだけ小さくする必要がある。このため、磁気ヘッドと磁気記録媒体の接触に起因するトライボロジカルな信頼性が課題となる。このトライボロジカルな課題を克服できれば、最終的には磁気ヘッドを磁気記録媒体に接触させた状態で記録再生する、接触記録が有利になる。最近、このような接触記録を前提とするコンタクト、ニアコンタクト方式の磁気記録装置が提案、開発されている。しかし、この接触記録を採用する場合、磁気記録装置の信頼性を確保するため、磁気ヘッドや磁気記録媒体において、現在よりも極薄層の表面改質技術の開発が必須である。

【0003】 一方、磁気記録媒体の保護膜としては、スパッタカーボン膜が多用されており、更に水素含有カーボン膜、窒素含有カーボン膜〔(C-N)膜と略記する場合もある〕など各種元素を添加するもとにより特性が改善されている。その中でも、窒素を含有したカーボン膜は、理論的にダイヤモンドの容積弾性率を超えることが予測されている窒化炭素C₃N₄の形成を期待できることもあり、注目されている。本発明者は、反応性イオンプレーティング法によって窒素含有カーボン膜を形成

し、走査型プローブ顕微鏡によるマイクロスクラッチ硬さが窒素含有によって8倍程度向上することを報告〔S. Miyake, et. al. : Appl. Phys. Lett., 65, 25 (1994) 3206〕

し、更にイオン注入によるC-N膜のマイクロトライボロジ特性に与える影響など基本的特性を明らかにした〔S. Miyake, et. al. : Nucl. Instr and Meth. in Phys. Res B122 (1997) 643〕。

【0004】 磁気記録装置において磁気ヘッドと磁気記録媒体の対向面の距離である、実効隙間を低減するためには、磁気的ロスとなる保護膜の厚さを減らす必要がある。しかしながら、保護膜を数nm程度にすると原子数十個程度の厚さになるため、摩擦摩耗に原子の粒子性が出てくると考えられる。従って、保護膜だけでトライボロジカルな耐久性を維持するのは困難な状況にあった。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、高記録密度化を図るために、保護膜の厚さが数nm程度の超薄膜でありながら、高い硬度と耐摩耗特性を兼ね備えた磁気記録媒体及びその製造方法を提供することを目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明の磁気記録媒体は、窒素プラズマ処理された傾斜層を表面に有する磁性膜と、該磁性膜の表面上に設けた窒化含有カーボンからなる保護膜とを具備することを特徴とする。

【0007】 上記構成によれば、磁性膜上に傾斜組成的な保護膜（上記傾斜層を含めた保護膜を指す）を形成したことになるので磁性膜上に不連続な保護膜を形成した従来の構成に比べて、保護膜表面における摩擦係数が減少し、スクラッチによる耐荷重性能及びマイクロ摩耗特性が著しく向上する。その結果、トライボロジ特性に優れた磁気記録媒体が得られる。

【0008】 上記特徴により、保護膜の厚さを数nmオーダーとしても十分に機械的な特性を維持することが可能となる。また、上記磁性層としてはCoCrTa合金が好適である。

【0009】 本発明の磁気記録媒体の製造方法は、磁性膜の表面を少なくとも窒素を含むガスを用いてプラズマ処理した後、該磁性膜の表面上に窒化含有カーボンからなる保護膜をスパッタ成膜することを特徴とする。

【0010】 上記方法によれば、窒素プラズマ処理された傾斜層を表面に有する磁性膜と、該磁性膜の表面上に設けた窒化含有カーボンからなる保護膜とを具備する磁気記録媒体を安定して作製することができる。

【0011】 上記方法において、保護膜を形成する際、スパッタリングガスとして窒素ガス又は窒素とヘリウムを混合したガスを用いることが好ましい。特に、後者の混合ガスを用いたとき、最も優れたトライボロジ特性が得られる。

【0012】 また上記方法において、保護膜を形成する際、磁性膜に高周波電力を印加することによって、ト

イボロジ特性をさらに改善することができる。

【0013】

【発明の実施の形態】以下に本発明の実施の形態を本発明をなすに際して得た知見、その作用等とともに説明する。

【0014】図1に示すRFスパッタ装置を用いて、基板上に設けられたCoCrTa合金からなる磁性膜の表面に対して窒素プラズマ処理をした試料と、窒素プラズマ処理後した試料1の上に、保護膜として窒素含有カーボン膜〔以下では、(C-N)膜と呼称する〕を反応性スパッタ法により形成した試料を、それぞれ作製した。これら2種類の試料のビッカース硬さH_vや摩擦係数μなどを、未処理の試料(基板上に設けられたCoCrTa合金からなる磁性膜)と比較検討した。

【0015】図1のスパッタ装置において、100は減*

窒素プラズマ処理	基板側RF電力 処理時間 雰囲気ガス 処理圧力	25~400 W 60 min N ₂ 7.0×10 ⁻² Torr	
(C-N)膜RFスパッタ処理	基板側RF電力 ターゲット側RF電力 処理時間 雰囲気ガス 処理圧力	0~100 W 300 W 15 min N ₂ , (N ₂ +He) 7.0×10 ⁻² Torr	
複合処理		窒素プラズマ処理	(C-N)膜RFスパッタ処理
	基板側RF電力 ターゲット側RF電力 処理時間	25 W — 60 min	25 W 300 W 15 min
	雰囲気ガス 処理圧力	N ₂ , (N ₂ +He) 7.0×10 ⁻² Torr	

【0018】磁性膜の表面改質を目的とした窒素プラズマ処理は、磁性層であるCoCrTaとの表面反応により、高硬度であるCrN、TaNの生成を期待して行った。磁性膜の窒素プラズマ処理は、減圧した真空容器100内にガス導入管113から雰囲気ガスとして窒素を導入し、圧力を7×10⁻² Torrに調整した後、基板105側にのみ高周波電源109からRF電力を印加することにより行った。その際、基板側RF電力を25~400Wの範囲で変化させて、その依存性を調べた。

【0019】(C-N)膜RFスパッタ処理では、ガス導入管113から窒素を含んだ雰囲気ガスを真空容器100内に導入し、圧力を7×10⁻² Torrに調整した後、カーボンターゲット101をRFスパッタリングするこ

*圧可能な真空容器、101は(C-N)膜作製用ターゲット、102はRF電極、103は冷却水管、104は高周波電源、105は基板、106は基板ホルダ、107はRF電極、108は冷却水管、109は高周波電源、110はシャッター、111は駆動軸、112は真空計、113は2系統のガス導入管、114はリークバルブ、115は真空排気装置である。

【0016】表1には、磁性膜の表面改質を図るために、窒素プラズマ処理を検討した際の各設定条件、(C-N)膜RFスパッタ処理を検討した際の各設定条件、及び、これらの検討結果に基づき複合処理した際の各設定条件、を纏めて示した。

【0017】

【表1】

とによって、磁性膜の表面上に(C-N)膜を形成した。その際、雰囲気ガスとしては、2種類のガス(窒素ガスのみ、窒素とヘリウムの混合ガス)を検討した。窒素とヘリウムの混合ガスの場合は、分圧を窒素:ヘリウム=1:1に制御した。また、基板側RF電力の依存性(0~100W)も検討した。

【0020】複合処理では、上記窒素プラズマ処理を終えた磁性層の表面上に、上記(C-N)膜RFスパッタ処理により(C-N)膜を形成した。その際、後述するところ形状評価の結果に基づき、処理後の磁性膜に形成される変質層(傾斜層)が比較的浅く、磁気特性への影響がないと考えられる条件、すなわち、窒素プラズマ処理における基板側RF電力は25W、(C-N)膜RF

スパッタ処理における基板側RF電力は25Wという条件を主に検討した。

【0021】ここで形成した(C-N)膜の厚さは、膜特性が安定し、硬さなどの機械的物性値の評価を容易にするため約30nmとした。

【0022】[窒素プラズマ処理した磁性膜の表面の形状評価]表面改質した磁性膜の表面モルフォロジーの変化を原子間力顕微鏡(AFM)で測定した。

【0023】図2は、窒素プラズマ処理の前後で観測した磁性膜の表面モルフォロジーである。(a)は窒素プラズマ処理前(未処理と表記)、(b)は基板側RF電力=50Wで窒素プラズマ処理した後(50Wと表記)、(c)は基板側RF電力=200Wで窒素プラズマ処理した後(200Wと表記)を示す。図2から、磁性膜の表面の凹凸形状は、未処理(a)と比べ投入電力50W(b)ではほとんど変化しないが、投入電力200W(c)では急激に増加することが分かった。

【0024】図3は、磁性膜の表面粗さR_{max}とRF電力との関係を示すグラフである。図3より、R_{max}は、投入電力が100W程度までほとんど変化せず、200W以上で急激に増大し、それ以上でほぼ一定(20~25nm)となる傾向があることが確認された。

【0025】オージェ電子分光法(AES)の測定結果によれば、200WではC_oC_rT_a磁性層がエッティングによって数nm除去されており、400WではC_oC_rT_a磁性層がほぼ完全にエッティングされ、磁性膜の下地のCr層に達していることが分かった。これに対して、50W以下ではエッティングはほとんど生じていないことが確認された。従って、磁気特性の劣化を防ぐためには、50W以下のプラズマ処理が好ましいと判断した。磁性膜をこの条件で処理して得られた変質層(傾斜層)は、AESで内部に窒素が検出されないことから、本発明者は変質層(傾斜層)の厚さが非常に浅いと考えた。

【0026】[窒素プラズマ処理、(C-N)膜RFスパッタ処理、又は、複合処理した面の硬さ評価]超微小硬度計を用い、表面改質した磁性膜のビックアース硬さを押し付け荷重50mN、荷重時間10sで測定した。この場合の圧子侵入深さは280~500nmとなっており、処理層厚さに比べて著しく大きく、下地を含めた処理層のマクロな硬さが得られる。

【0027】図4は、各処理を行った表面のビックアース硬さH_vを示すグラフであり、(a)は窒素プラズマ処理面の硬さ、(b)は(C-N)膜RFスパッタ処理面の硬さ、(c)は複合処理面の硬さである。各グラフには、上記3つの処理を行っていない磁性膜の結果(未処理と表記)も合わせて示した。

【0028】窒素プラズマ処理した磁性膜の硬さを示す図4(a)からは、投入電力の増加に伴い硬さが大きくなり、200W、300WでH_v=1000程度、更に

400WではH_v=1600まで増大することが分かった。しかしながら、上述したAESの評価結果に基づき、400Wでは磁性層がエッティングされ、下地のCrの窒化物が形成されていると本発明者は推定した。

【0029】一方、図4(b)に示すように、(C-N)膜RFスパッタ処理によっても硬さは増加することが分かった。基板を通じて磁性膜にRFバイアス電力(W_sと表記)を100W投入した場合と投入しない場合を比較するとその差は小さいが、バイアス電力を25~50W投入した場合に硬さが増大する傾向が確認された。また、導入ガスとしてN₂ガスと(N₂+He)ガスを比較すると、磁性膜への投入電力量に依存せず(N₂+He)ガスの方が硬くなることが見出された。これはHe導入によるプラズマ励起の効果と、本発明者は考えた。

【0030】図4(c)から、窒素プラズマ処理と(C-N)膜RFスパッタ処理とを組み合わせた複合処理は、硬さを著しく増大させる効果があることが分かった。この場合、窒素プラズマ処理の電力は25Wと低く、それだけでは効果は小さいが、窒素プラズマ処理後に(C-N)膜を形成することにより著しく改善できることが判明した。

【0031】[窒素プラズマ処理、(C-N)膜RFスパッタ処理、又は、複合処理した面に対する摩擦試験]各処理後の面に対して以下に示す2種類の摩擦試験を行った。

【0032】①往復型摩擦試験装置を用い、低荷重(20~200mN)における摩擦係数の摩擦回数依存性を調べた。その際、相手圧子にアルチック(A₁₂O₃TiC)球(Φ2.3mm)を用い、無潤滑で評価した。

【0033】②油圧駆動式の往復型摩擦試験装置を用い、高荷重(500mN)における摩擦係数の摩擦回数依存性を測定した。その際、相手圧子としてダイヤモンド圧子(Φ2mm)を用い、無潤滑で評価した。

【0034】図5は、荷重200mNにおける窒素プラズマ処理面の摩擦係数μと摩擦回数との関係を示すグラフである。比較のため、窒素プラズマ処理前の磁性層表面の摩擦係数を●印(未処理と表示)で示した。図5から、未処理の磁性膜表面ではμ=0.5程度の値を示すのに対して、窒素プラズマ処理をすることによって摩擦係数が減少し、特に適切な条件ではμ=0.1程度まで減少することが確認された。

【0035】図6は、窒素プラズマ処理面の摩擦痕形状を示す写真であり、(a)は窒素プラズマ処理前(未処理と表記)、(b)は基板側RF電力=25Wで窒素プラズマ処理した後(25Wと表記)、(c)は基板側RF電力=50Wで窒素プラズマ処理した後(50Wと表記)を示す。図6から、未処理の磁性膜は凝着痕が見られ損傷が著しいのに対して、窒素プラズマ処理することによって凝着痕は減少傾向を示し、特に50W以上では

凝着痕がほとんど発生しないことが分かった。

【0036】図7及び図8は、窒素プラズマ処理、(C-N)膜RFスパッタ処理、又は、複合処理した面の摩擦係数 μ と摩擦回数との関係を纏めて示したグラフであり、図7には(C-N)膜RFスパッタ処理する際のバイアス電圧 W_s を0Wとした場合の結果を、図8は W_s を25Wとした場合の結果を、それぞれ示した。図7と図8において、●印は窒素プラズマ処理前(未処理と表記)、▲印は基板側RF電力=25Wで窒素プラズマ処理した面(窒素プラズマ処理、25Wと表記)、■印は窒素ガスを用いて(C-N)膜RFスパッタ処理した面(C-N窒素と表記)、▼印は窒素とヘリウムの混合ガスを用いて(C-N)膜RFスパッタ処理した面(C-N窒素+ヘリウムと表記)、★印は窒素ガスを用いて複合処理した面(複合窒素と表記)、◆印は窒素とヘリウムの混合ガスを用いて複合処理した面(複合窒素+ヘリウムと表記)、を示す。図7及び図8から、(C-N)膜RFスパッタ処理によって摩擦係数は減少傾向を示すが、部分的には未処理を越えた摩擦係数が観測された。これに対して、複合処理した面の摩擦係数は、比較的低い値を示すことが分かった。

【0037】図9には(C-N)膜RFスパッタ処理した面の摩擦痕形状を示す写真を、図10には複合処理した面の摩擦痕形状を示す写真を示した。但し、図10の複合処理では、窒素プラズマ処理する際の基板側RF電力を25Wとした。図9及び図10において、(a)は(C-N)膜RFスパッタ処理する際に、RFバイアス電力を印加せずに、窒素とヘリウムの混合ガスを用いた場合($W_s=0W$ 、 N_2+He と表記)を、(b)は(C-N)膜RFスパッタ処理する際に、RFバイアス電力を25W印加しながら、窒素とヘリウムの混合ガスを用いた場合($W_s=25W$ 、 N_2+He と表記)を示した。

【0038】図9(a)から、プラズマ処理が無い磁性膜の表面に、RFバイアス電力を印加せずに(C-N)膜RFスパッタ処理をした場合には、表面保護膜の剥離が生じていることが確認された。この結果より、(C-N)膜は比較的硬さは大きいが、下地との付着力が小さいので摩擦耐久性が小さく、大きな損傷が発生したと、本発明者は考えた。これに対して、(C-N)膜RFスパッタ処理する際にRFバイアス電力を印加した場合[図9(b)]、及び、複合処理した場合[図9(a)又は(b)]は、損傷がほとんど無く、表面保護膜の剥離も観測されないことから、下地との付着力が著しく改善されたと判断した。

【0039】また、ダイヤモンド圧子を用いた高荷重(500mN)における摩擦試験では、窒素プラズマ処理、(C-N)膜RFスパッタ処理、複合処理とも、上述した低荷重の結果と同様の傾向は見られるが、未処理との差が小さくなっていた。また、磨耗痕の観察では、

高荷重では処理層は破壊されていることが確認された。よって、高荷重の磨耗条件では処理層を設けた効果が少なくなったと考えた。

【0040】[窒素プラズマ処理、(C-N)膜RFスパッタ処理、又は、複合処理した面に対するスクラッチ試験]各処理層の耐荷重性能を明らかにするため、振動型スクラッチ試験を行った。その際、表面の破壊荷重を評価するため、試験時のAE(アコースティックエミッション)を測定した。

【0041】図11は、スクラッチ試験の結果を示すグラフである。ここで、横軸は荷重、縦軸は摩擦力であり、各曲線の傾きは摩擦係数 μ に対応する。図11において、未処理とは窒素プラズマ処理前の磁性膜表面の結果であり、 N_2 プラズマとは基板側RF電力を25Wとして窒素プラズマ処理した磁性膜表面の結果である。また、 N_2 はRFバイアス電力を印加せずに、窒素ガスを用いて(C-N)膜RFスパッタ処理した面の結果を、 N_2+He はRFバイアス電力を印加せずに、窒素とヘリウムの混合ガスを用いて(C-N)膜RFスパッタ処理した面の結果を示す。さらに、複合 N_2 はRFバイアス電力を印加せずに、窒素ガスを用いて複合処理した面の結果を、複合 N_2+He はRFバイアス電力を印加せずに、窒素とヘリウムの混合ガスを用いて複合処理した面の結果である。図11において、横軸から各曲線に向かって延びた直線と各曲線との交点は、AE急増点から求めた限界荷重 W_c を示す。図11から、未処理の場合 $\mu=0.4$ 程度であるのに対して、窒素プラズマ処理(N_2 プラズマ)及び(C-N)膜RFスパッタ処理(N_2 、 N_2+He)では $\mu=0.14 \sim 0.2$ に減少し、更に複合処理(複合 N_2 、複合 N_2+He)では著しく小さくなり、初期の摩擦係数は $\mu=0.1$ 程度であることが分かった。この結果から、複合処理は特に摩擦力低減効果が大きく、摩擦係数を大幅に改善できることが明らかとなった。

【0042】図12は、スクラッチ試験時に測定したAE波形であり、(a)は窒素プラズマ処理前の磁性膜表面の結果を、(b)は基板側RF電力=25Wで窒素プラズマ処理した面の結果を、(c)RFバイアス電力を印加せずに、窒素とヘリウムの混合ガスを用いて複合処理した面の結果を示す。図12から、AE波形は表面の巨視的な破壊が生じたとき急増することが分かった。この表面に破壊が生じる時の荷重をAE急増点から求め限界荷重 W_c と定義した。表2にこの結果を纏めて示した。未処理[図12(a)]に比べ窒素プラズマ処理[図12(b)]や(C-N)膜RFスパッタ処理[図12(c)]では多少この限界条件が増大する。これに対して、複合処理[図12(d)]では6倍以上も表面の破壊荷重が増加することが明らかとなっ

た。

【0043】図13は、スクラッチ試験の結果を示すグラフであるが、(C-N)膜RFスパッタ処理と複合処理において、RFバイアス電力を25W印加した点のみ図11と異なる。他の点は、図11と同様である。(C-N)膜RFスパッタ処理した場合は、処理する際のガスがN₂、N₂+Heの何れであっても、バイアスを印加した方(図13)がバイアス無し(図11)より摩擦係数が小さく、限界荷重が増大することから、バイアスの効果が大きいことが判明した。一方、複合処理した場合は、摩擦係数が安定して低く、特に処理する際のガスをN₂+Heとしたとき限界荷重が著しく増大することが分かった。

【0044】図14は、原子間力顕微鏡(AFM)を用いて評価したマイクロ磨耗形状であり、(a)は窒素プラズマ処理前の磁性膜表面の結果を、(b)は複合処理した面の結果を示す。また(a)と(b)において、上図が観測された三次元画像であり、下図が膜の表面プロファイルを示すグラフである。図14から、複合処理することによって、磨耗量が著しく低減することが確認された。

【0045】図15は、各処理後の面に対して、荷重を変えてマイクロ磨耗深さを測定した結果を示すグラフである。荷重は2種類(500nNと1000nN)検討した。比較のため、窒素プラズマ処理前の磁性膜表面の結果(未処理と表記)も示した。図15における各処理の名称は、図13と同様である。

【0046】図15の荷重が1000nNの結果から、スパッタリングによる(C-N)膜を形成することにより磨耗量が減少することが明らかとなった。さらに、複合処理するとマイクロ磨耗特性は著しく改善され、磨耗はほとんど検出されないことが分かった。ビッカース硬さでは下地の影響を受けており、8%程度の差しか確認できなかつたが、AFMによるマイクロ磨耗試験では表面改質層のみの情報が得られるので差を明瞭に観測することができた。

【0047】図15に示すように、荷重を小さくした場合(500nN)も同様の傾向が確認された。(C-N)膜の形成によって磨耗が減少しており、耐マイクロ磨耗特性の向上がしていることが分かった。この場合の磨耗深さは、膜厚に比べて小さいことから、下地の影響を受けることなく、膜の特性が十分反映された結果と判断した。また、(C-N)膜を形成する際に窒素とヘリウムの混合ガスを用いた方が、窒素ガスのみ用いた場合に比べて磨耗深さが減少することも分かった。この傾向は、ビッカース硬さの結果とも一致することから、窒素にヘリウムを添加することにより、磨耗特性がより改善できると考えた。さらに、複合処理した場合、その効果は著しく、この荷重範囲では磨耗は検出されない程小さかった。複合処理における(C-N)膜の形成条件は、

前述した(C-N)膜の形成条件[すなわち(C-N)膜RFスパッタ処理の条件]と同一であるが特に複合処理の方が優れた効果が得られた。この結果から、磁性層の表面に傾斜層を形成する窒素プラズマ処理は、その上に設けた(C-N)膜の付着力を改善するだけではなく、マイクロ磨耗特性の改善もたらすことから、複合効果としてその上に設けた(C-N)膜自体の強度も向上させていくことが明らかとなった。

【0048】上述した評価量、すなわち、微小領域における膜の硬さや磨耗特性は、磁気記録媒体の摺動面に対する評価法として多用されている。従って、上記特性の優れた複合処理された保護膜を有する磁気記録媒体、すなわち、窒素プラズマ処理された傾斜層を表面に有する磁性膜と、該磁性膜の表面上に設けた窒化含有カーボンからなる保護膜とを具備する磁気記録媒体は、優れた硬さと摩擦耐久性を有するとともに、摩擦係数やマイクロ磨耗の低減を図ることが可能である。

【0049】[極薄化した保護膜に対するマイクロ磨耗試験]以下では、数nmオーダーの極薄保護膜を形成し、この保護膜に対して原子間力顕微鏡(AFM)を用いて行ったマイクロ磨耗試験について述べる。但し、極薄保護膜は上記複合処理を用いて形成した。すなわち、窒素プラズマ処理された傾斜層を表面に有する磁性膜上に、(C-N)膜の形成時間を15、30、45secとすることにより、厚さが3、6、9nmの保護膜を作製した。マイクロ磨耗試験は、圧子としてダイヤモンド触針を用い、荷重12000nNで、所定の走査回数(1~10回)で試料表面を摩擦した際の磨耗深さを評価した。

【0050】図16は、極薄化した保護膜に対するマイクロ磨耗試験の結果を示すグラフである。図16において、C-Nは、窒素プラズマ処理をしない磁性膜上に(C-N)膜を形成した試料である。複合aは、窒素プラズマ処理をした磁性膜上に、RFバイアス電力を25W印加しながら(C-N)膜を形成した試料である。複合bは、窒素プラズマ処理をした磁性膜上に、RFバイアス電力を50W印加しながら(C-N)膜を形成した試料である。

【0051】図16の走査回数1回の結果から、窒素プラズマ処理を行わず窒素含有カーボン膜[すなわち(C-N)膜]を形成した試料は、保護膜の厚さに依存せず磨耗深さが25nm以上と大きいのに対して、複合処理した場合(複合aと複合b)では磨耗深さが小さくなり、特に複合bではその効果が著しいことが分かった。また、図16の走査回数10回の結果においても、同様の傾向が確認された。従って、本願発明に係る保護膜は、その厚さを数nmオーダーとしても、優れた硬さ、摩擦耐久性、及び耐マイクロ磨耗特性を兼ね備えていることが確認された。

【0052】

【発明の効果】本発明によれば、保護膜の厚さが数nm程度の超薄膜でありながら、高い硬度と耐摩耗特性を兼ね備えた磁気記録媒体及びその製造方法を提供することが可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図1】RFスパッタ装置を示す模式的な断面図である。

【図2】窒素プラズマ処理の前後で観測した磁性膜の表面モルフォロジーである。(a)は窒素プラズマ処理前(未処理と表記)、(b)は基板側RF電力=50Wで窒素プラズマ処理した後(50Wと表記)、(c)は基板側RF電力=200Wで窒素プラズマ処理した後(200Wと表記)を示す。

【図3】磁性膜の表面粗さ R_{max} とRF電力との関係を示すグラフである。

【図4】各処理を行った表面のビッカース硬さ H_v を示すグラフであり、(a)は窒素プラズマ処理面の硬さ、(b)は(C-N)膜RFスパッタ処理面の硬さ、(c)は複合処理面の硬さである。

【図5】荷重200mNにおける窒素プラズマ処理面の摩擦係数 μ と摩擦回数との関係を示すグラフである。

【図6】窒素プラズマ処理面の摩擦痕形状を示す写真であり、(a)は窒素プラズマ処理前(未処理と表記)、(b)は基板側RF電力=25Wで窒素プラズマ処理した後(25Wと表記)、(c)は基板側RF電力=50Wで窒素プラズマ処理した後(50Wと表記)を示す。

【図7】窒素プラズマ処理、(C-N)膜RFスパッタ処理、又は、複合処理した面の摩擦係数 μ と摩擦回数との関係を纏めて示したグラフであり、(C-N)膜RFスパッタ処理する際のバイアス電圧 W_s を0Wとした場合の結果を示す。

【図8】窒素プラズマ処理、(C-N)膜RFスパッタ処理、又は、複合処理した面の摩擦係数 μ と摩擦回数との関係を纏めて示したグラフであり、RFスパッタ処理する際のバイアス電圧 W_s を25Wとした場合の結果を示す。

【図9】(C-N)膜RFスパッタ処理した面の摩擦痕形状を示す写真である。

【図10】複合処理した面の摩擦痕形状を示す写真である。

【図11】スクラッチ試験の結果を示すグラフであり、(C-N)膜RFスパッタ処理及び複合処理において、RFバイアス電力を印加しない場合を示す。

【図12】スクラッチ試験時に測定したAE波形であり、(a)は窒素プラズマ処理前の磁性膜表面の結果を、(b)は基板側RF電力=25Wで窒素プラズマ処理した面の結果を、(c)RFバイアス電力を印加せずに、窒素とヘリウムの混合ガスを用いて(C-N)膜RFスパッタ処理した面の結果を、(d)はRFバイアス電力を印加せずに、窒素とヘリウムの混合ガスを用いて複合処理した面の結果を示す。

【図13】スクラッチ試験の結果を示すグラフであり、(C-N)膜RFスパッタ処理及び複合処理において、RFバイアス電力を25W印加した場合を示す。

【図14】原子間力顕微鏡(AFM)を用いて評価したマイクロ磨耗形状であり、(a)は窒素プラズマ処理前の磁性膜表面の結果を、(b)は複合処理した面の結果を示す。

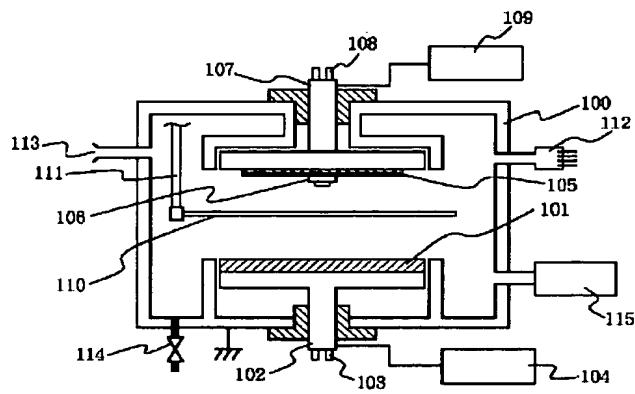
【図15】各処理後の面に対して、荷重を変えてマイクロ磨耗深さを測定した結果を示すグラフである。

【図16】極薄化した保護膜に対するマイクロ磨耗試験の結果を示すグラフである。

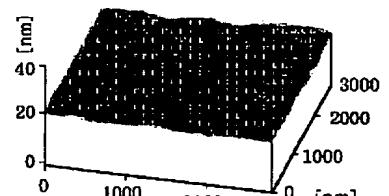
【符号の説明】

- 100 真空容器、
- 101 (C-N)膜作製用ターゲット、
- 102 RF電極、
- 103 冷却水管、
- 104 高周波電源、
- 105 基板、
- 106 基板ホルダ、
- 107 RF電極、
- 108 冷却水管、
- 109 高周波電源、
- 110 シャッター、
- 111 駆動軸、
- 112 真空計、
- 113 2系統のガス導入管、
- 114 リークバルブ、
- 115 真空排気装置。

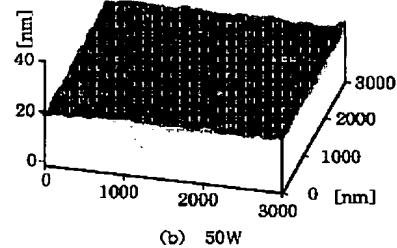
【図1】



【図2】

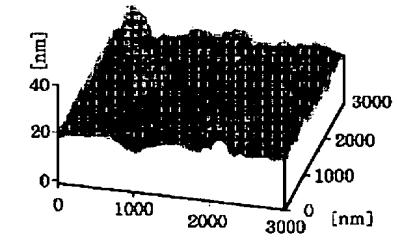
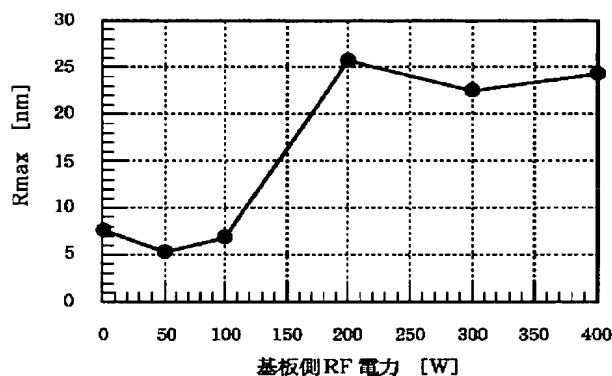


(a) 未処理

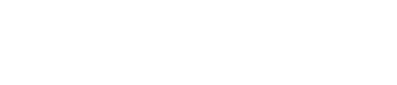


(b) 50W

【図3】

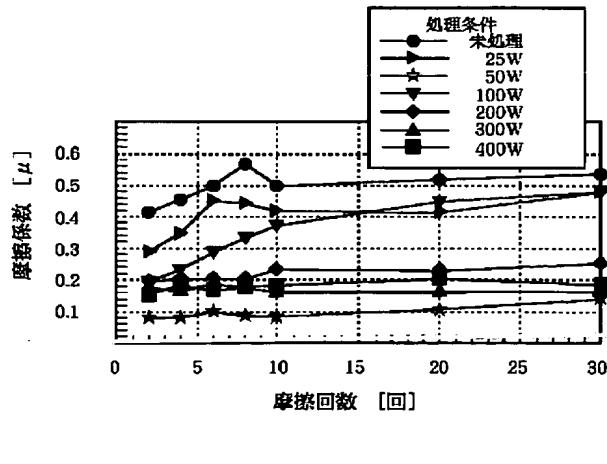


(a) 未処理

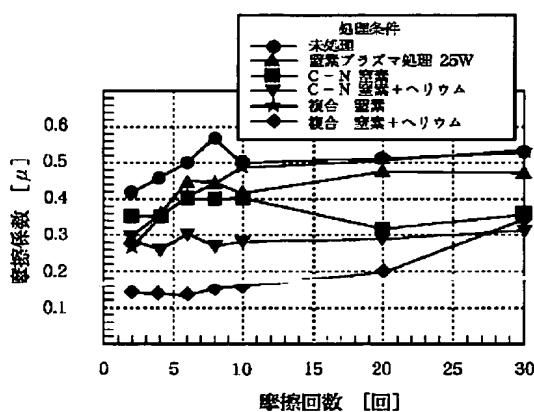


(b) 50W

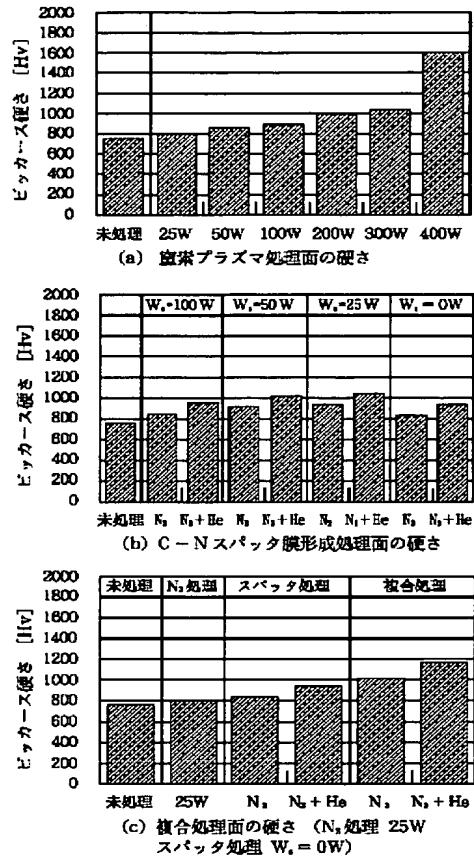
【図5】



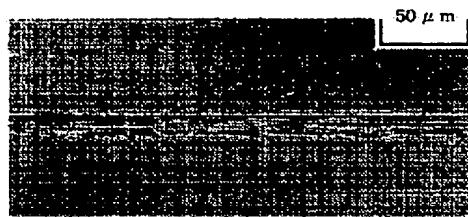
【図7】



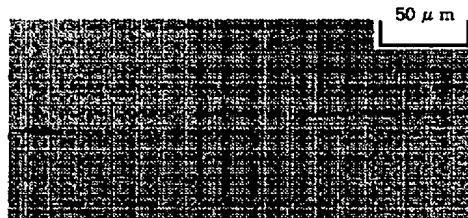
【図4】



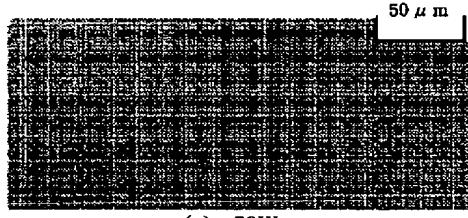
【図6】



(a) 未処理

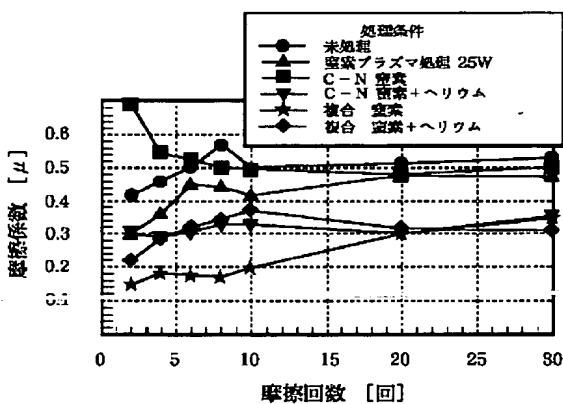


(b) 25W

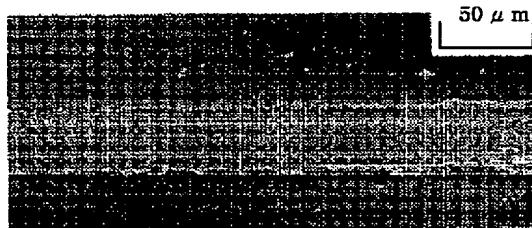
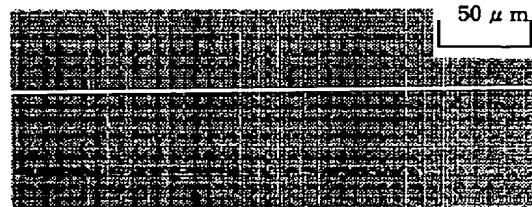


(c) 50W

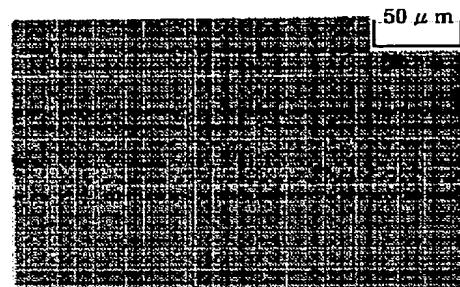
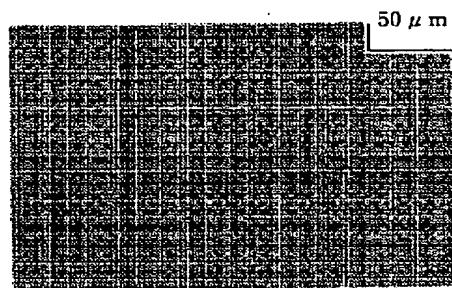
【図8】



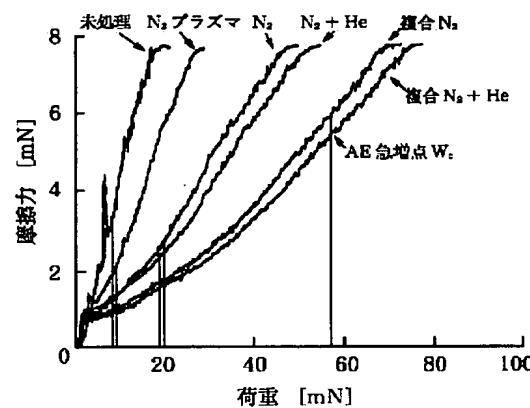
【図9】

(a) $W_s = 0W$ $N_2 + He$ (b) $W_s = 25W$ $N_2 + He$

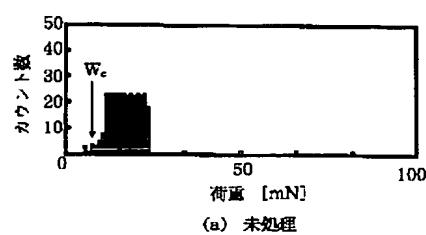
【図10】

(a) N_2 処理 25W
スパッタ処理 $W_s = 0W$ $N_2 + He$ (b) N_2 処理 25W
スパッタ処理 $W_s = 25W$ $N_2 + He$

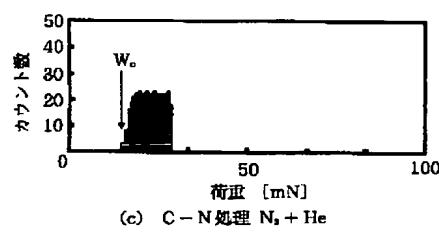
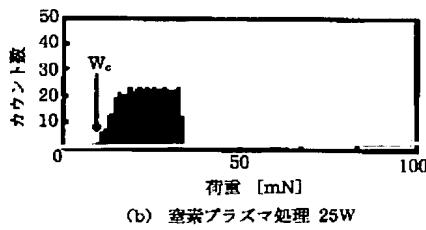
【図11】



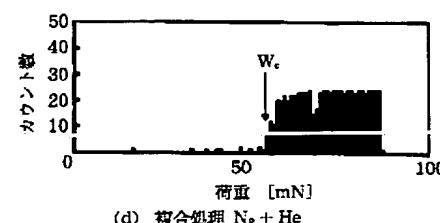
【図12】



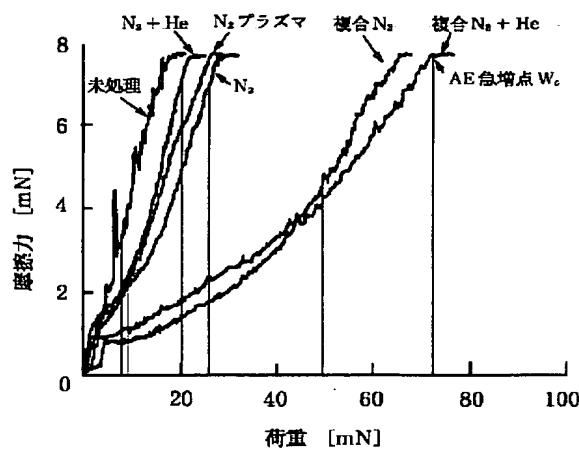
(a) 未処理

(c) C-N処理 $N_2 + He$ 

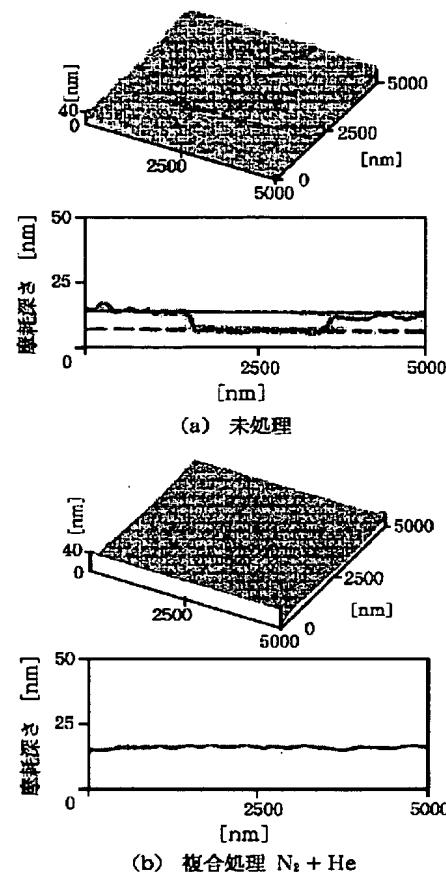
(b) 硝素プラズマ処理 25W

(d) 複合処理 $N_2 + He$

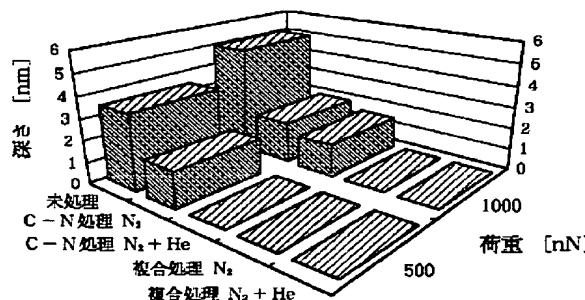
【図13】



【図14】



【図15】



【図16】

